接触角測定装置使用マニュアル

(注:別紙の「接触角測定装置」と「VCA Optima™取扱説明書」も参考にすること)

・装置の立ち上げ

① 測定装置のカバーを取り、装置が平行になっているかを確かめ、電源を入れる。平行になっていない場合には、装置を支えている3点で調整する。

② パソコンの電源を入れ、試料台を軽く拭いておき、試料台が平行になっているかを確かめる。平行になっていない場合には、試料台の左奥にあるギアで調整する。

③ 画面の上から7つ目のアイコンである「VCAOptima EX」を立ち上げる。(これを2つ以上立ち上げるとフリーズするので注意)

④ 装置の下の奥にあるギアを回すことで明るさを調整する。なお、明るさの調整は画面の上の左から4つ目のアイコン(虹色の光が出ている絵)をクリックし、Brightness や Contrast でも調整できる。また、手前にあるスイッチを入れることで、上からの光を当てることができる。

・シリンジの取り付け

① 用いる溶液のシリンジを使いニードルを外し、先端を溶液に漬けて引き、とも洗いする。(純水は蒸留水を用い、流しに捨てる。それ以外の溶液は廃液入れに入れること。)

② 再度、シリンジの先端を漬け、何回か押し引きを繰り返し、シリンジ中の気泡を完全になくし、ニードルを取り付ける。

③ 画面の上の左から7つ目のアイコン(シリンジの絵)をクリックし、「Refill」→「OK」とクリックし、シリンジの取り付け位置を上まで上昇させる。なお、シリンジ取り付ける上部のギアを回すことでも取り付け位置を調整できる。

④ ニードルとシリンジを拭いておき、ニードルを先端に通して取り付け、ネジを回し固定する。

⑤ 「Syringe Control」では Speed で液の出る速さを、Syringe size でシリンジの大きさを、Dispense,Withdraw で液の出し入れを行なう。通常、これらは、順に Low,100μl,1.00μl,Dispense で行い、Go をクリックすると液体が出る。測定時は液体が球状になっているのが絶対条件である。なお、Continuous を押すと Go をクリックすると、Stop をクリックするまで液体が出続ける。

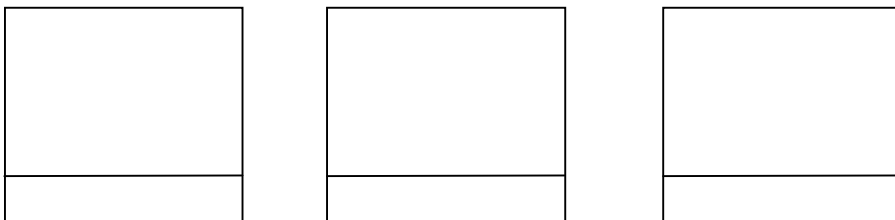
・自動測定

接触角の測定には「自動測定」と「手動測定」があるが基本的に自動測定で行なうのがよい。(手動では、時間がかかり、誤差も多少生じるため)

① 試料台の上にニードルが上にくるように試料をのせる。

② シリンジの取り付けで説明したように、「Syringe Control」で液滴を作る。

③ 手前のギアによって試料台を液滴に近づけ、滴下すると同時に右から7つ目のアイコン(液滴に赤線のついている絵)をクリックし、接触角が測定できていればよい。(左上に角度が表示される。)

例：

④ 測定がうまくいかなければ、右から 6 つ目のアイコン(R と書いてある絵)をクリックした後に、再

度、7 つ目のアイコンをクリックする。それでもうまく測定できなければ、「手動測定」を用いる。なお、測定後は Frozen Video となり、画像が固定されるので、続けて測定を行いたい場合は、画面をクリックしてやると、Live Video となり現在の状態が映し出される。

・手動測定

① 「自動測定」と同様に液滴を作る。
② 手前のギアによって試料台を液滴に近づけ､滴下すると同時に左から 6 つ目のアイコン(カメラの絵)をクリックする。
③ 上にあるアイコン、または画面内にある「L」～「2」までをそれぞれ液滴の画像に設置させる。
L:左端、R:右端、T:頂点(球状の一番高い位置)、1:L と T の間、2:R と T の間

例:

④ 左から 9 つ目のアイコン(液滴に文字のついている絵)をクリックして、測定される。なお、自動測定でうまく測定できなかった場合でも「L」～「2」までをそれぞれ液滴の画像に設置させ、同様に左から 9 つ目のアイコンをクリックすればよい。

これらの「自動測定」「手動測定」をデータとして保存したりするときは右から 3 つ目のアイコン(ノートとペンの絵)をクリックして 1 つ測定を終えるごとに「Add」をクリックし、データを加えていく。
データ項目:左右の接触角、液滴の幅・高さ、液滴の面積・容量
「Save」で保存「Chart」でグラフ化できる。

・表面エネルギーの測定

「自動測定」「手動測定」により、2 種類以上の液体を使用することにより表面エネルギーを算出できる。

① 右から 2 つ目のアイコン(表に SE と書いている絵)をクリックし、「Liquid」で使用溶液を選ぶ。
② 自動測定」「手動測定」により、接触角を測定する。
③ 「Add Contact Angle Data」をクリックしデータを加えていく。
④ 同様にして、他の液体でも測定する。なお、シリンジを交換する際、ニードルに液体が付着している可能性があるためニードルをしっかりと拭いておく。(これをしておかなければ、他の溶液と混じり合ったり、ニードルを通す穴に液体が詰まり、液滴が球状にならないこともあるので注意する。)また、1つの液体に対し5回以上は測定しておくのが望ましい。試料が溶液で一杯になったら、エタノールなどで拭き取り、乾かすこと。
⑤ 測定が終了すれば、使用した液体の左の□にチェックマーク(☑)を入れ、計算方法を選択する。(基本は Geometric でよい。)
⑥ 「Calculate」をクリックすると、それぞれの成分表示がされるので一番下の Average より、左から「極性成分」「分散成分」「その 2 つの合計(表面エネルギー)」となる。なお、単位の dyne/cm は 1g の液体を 1cm 動かすのに必要な力の単位である。また、「Zisman plot」をクリックすることでも、表面エネルギーを算出できるが、プロットによる切片によって求めるため非常に大きな値、あるい

は負の値を示すこともあるなど、間違った値をとることがあるので、参考にする程度でよい。

・表面張力の測定(液体の表面張力)

① 測定したい液体を「自動測定」「手動測定」の要領で液滴を出したままの状態にする。

② 試料や試料台が写っていない状態で右から 4 つ目のアイコン(液滴がニードルから出てる絵)をクリックする。

③ 「Liquid」に滴下した量を入力(普通はその値になっている)し、「Calculate」をクリックし、「Surface Tension」の値を読み取り、これが液体の表面張力となる。

・動画撮影

① 左から 5 つ目のアイコン(ビデオカメラの絵)をクリックする。

② 「Image Size」で解像度を設定する。(通常は、「640×480」で行う。)

③ 「Frame Rate」で取り込みスピードを設定する。

Variable:任意設定(FPS:枚/秒、FPM:枚/分)、30Frames/s:30 枚/秒、60Fields/s:60 枚/秒

④ 「Movie」により「撮影枚数/時間」の設定を行い、R をクリックする。

⑤ 撮影開始までの遅れ時間(秒)を設定し、「Start」で開始する。(遅れ時間を利用して試料と液滴との距離を縮めるなどの工夫ができる。) また、この遅れ時間は「Syringe Control」の「Trigger」に数値を入れ(「Trigger」を押してから撮影開始までの秒になる。)、クリックすると液滴が出され、入力した秒が経過してから動画撮影がスタートする。

⑥ 撮影が終了したら、上にある Option を開き、チェックマーク(✓)がついていたらそれを選んで外す。

⑦ 「Present Base line」にチェックを入れる。

⑧ イメージ像(キャプチャしたもの)に「手動測定」の要領で「L」と「R」を設置させ、右から 7 つ目のアイコンをクリックする。

⑨ 「Option」を開き「Save Baseline」をクリックする。

⑩ 再度、「Option」を開き「Dynamic Auto Fast」にチェックを入れる。

⑪ 「Open」で動画ファイルが開け、「Save」で保存、「Tile」で複数の画像を表示、「Discard」で動画の消去ができる。

⑫ ＞をクリックし、再生しながら自動測定する。全てを測定したら〃で停止させる。

⑬ 「To Spc」で測定結果を表示する。ここで、「Chart」をクリックすれば接触角、幅・高さ、ぬれ面積・容量がグラフ化され、数値データも得られる。

・画像のエクスポート

撮影した画像を図として表示する場合に用いる。

① 撮影した画像を開いておく。

② 「File」→「Export Image を選び、「BMP」か「JPEG」を選択する。(通常は「JPEG」)

③ 保存先を指定する。

④ ファイル名を入力し、「OK」で保存完了する。

・データファイルを Excel で開く

① データの入ったものを別のパソコンへと持っていく。

② 「Excel」を起動してから「ファイルを開く」を選択する。

③ ファイルの種類を「すべてのファイル」に設定し、SPC ファイルを選択する。

④　元のデータの形式で「カンマやタブなどの・・・」を選択し、「次へ」をクリックする。
⑤　「タブ」と「カンマ」にチェックを入れ、「完了」をクリックすると、Excel として表示される。

・装置の立ち下げ

①　ニードルの先端をよく拭き取りネジをゆるめて、シリンジを取り外す。
②　シリンジ中の液体を完全に出し捨てる。(純水は流しに捨て,それ以外の溶液は廃液入れに入れること。)
③　開いているアイコンや画像などを全て閉じ、最後に「VCAOptima EX」を立ち下げる。
④　パソコンを立ち下げる。
⑤　装置の電源を切り、装置が完全に隠れるようにカバーをかける。

・装置の概略図

①　シリンジの押し弾きを行う、シリンジを取り付ける時などに使用
②　シリンジを固定するためのネジ
③　ニードルを通す場所
④　試料台
⑤　試料台を左右に動かすギア
⑥　試料台の傾きを調整するギア
⑦　試料台を上下に動かすギア、滴下に使用
⑧　試料台を前後に動かすギア
⑨　明るさ調整のギア
⑩　装置の傾きを調整するギア(3 点)
⑪　上からの光を当てるスイッチ
⑫　装置本体の電源